

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(1)Publication number : 02-229759
(43)Date of publication of application : 12.09.1990

(51)IntCl

C04B 35/10

(21)Application number : 01-050915

(71)Applicant : TORAY IND NC

(22)Date of filing : 01.03.1989

(72)Inventor : KHARA MASAHRO
TOKUDA AKIRO
TSURUMITOU

(54) AL₂O₃-ZrO₂ CERAMICS AND PRODUCTION THEREOF

(57)Abstract:

PURPOSE: To improve mechanical properties by mixing Al₂O₃ powder with Nb₂O₃ powder which reacts with the Al₂O₃ powder to form AlNbO₄, calcining the mixture, mixing the resulting calcined powder with ZrO₂ contg. solubilized Y₂O₃, pulverizing, molding and sintering the mixture.

CONSTITUTION: Al₂O₃ powder of $\leq 1\mu\text{m}$ average particle size and $\geq 99.9\%$ purity as a base is mixed with such an amt. of Nb₂O₃ powder of $\leq 1\mu\text{m}$ average particle size and $\geq 99.9\%$ purity that 0.07-3.5wt% AlNbO₄ is formed when the Nb₂O₃ powder reacts with the Al₂O₃ powder at the time of sintering and the mixture is calcined at 1,000-1,300°C. The resulting calcined powder is mixed with 10-30wt% ZrO₂ powder of 0.05-2 μm average particle size contg. 1.5-5mol% solubilized Y₂O₃ of $\leq 1\mu\text{m}$ average grain size and the mixture is pulverized, molded and sintered at 1,300-1,600°C in an oxidizing atmosphere, e.g. in the air to obtain Al₂O₃-ZrO₂ ceramics suitable for use as the structural material of members requiring high hardness and strength, e.g. a cutting tool and bearings.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑨ 日本国特許庁(J.P.)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平2-229759

⑤ Int. Cl.³

C 04 B 35/10

識別記号

庁内整理番号

E

8924-4G

⑬ 公開 平成2年(1990)9月12日

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全5頁)

⑭ 発明の名称 $Al_2O_3-ZrO_2$ 系セラミックスおよびその製造方法

⑮ 特 願 平1-50915

⑯ 出 願 平1(1989)3月1日

⑰ 発 明 者 木 原 正 浩 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

⑱ 発 明 者 徳 田 章 博 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

㉑ 発 明 者 鶴 見 徹 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

㉒ 出 願 人 東 レ 株 式 会 社 東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号

明 細 書

(産業上の利用分野)

1. 発明の名称

$Al_2O_3-ZrO_2$ 系セラミックスおよびその製造方法

この発明は、ポンプ、軸受、切削工具等、強度と硬度とが特に要求される部材の構成材料として好適な $Al_2O_3-ZrO_2$ 系セラミックスおよびその製造方法に関する。

2. 特許請求の範囲

(1) Al_2O_3 を主成分とし、 ZrO_2 を10～30重量%含み、 $AlNbO_4$ を0.07～3.5重量%含み、かつ、 ZrO_2 には1.5～5.0モル%の Y_2O_3 が固溶していることを特徴とする $Al_2O_3-ZrO_2$ 系セラミックス。
(2) Al_2O_3 粉末に Nb_2O_5 粉末を $AlNbO_4$ として0.07～3.5重量%になるように添加、混合した後、その混合粉末を1000～1300℃で仮焼し、その仮焼粉末に Y_2O_3 を1.5～5.0モル%含む ZrO_2 粉末を10～30重量%添加、混合し、粉碎し、成形した後、その成形体を1300～1600℃で焼結することを特徴とする、請求項(1)記載の $Al_2O_3-ZrO_2$ 系セラミックスの製造方法。

3. 発明の詳細な説明

(従来の技術)

Al_2O_3 を主成分とし、それに ZrO_2 を分散せしめてなるセラミックスは、各種のセラミックスのなかでも比較的高強度、高硬度であることから、ポンプ、軸受、切削工具等、強度と硬度とが特に要求される部材の構成材料として注目されている。

さて、そのような用途においては、当然、強度ができるだけ高いほうがよく、そのため、たとえば特公昭59-24751号発明は、 Al_2O_3 中に平均粒径が0.1～1.5 μm の比較的小さな ZrO_2 粒子を分散させて、その ZrO_2 の、正方晶から単斜晶への応力誘起変態を利用して強度を向上させることを提案している。また、このとき、 ZrO_2 の正方晶構造を安定化させるために

Y_2O_3 を添加することも行われている。

しかしながら、かかる方法は、 $1600^{\circ}C$ 以下の比較的低温での焼結では緻密化が十分に行われず、大きな欠陥が残存するようになって強度はそれほど向上しない。 ZrO_2 が焼結性を低下させる作用をもっているからである。密度を上げるためには焼結温度を高くすればよいが、そうすると、こんどは ZrO_2 の結晶粒が大きく成長し、臨界粒径を超えると焼結後の冷却過程で正方晶から単斜晶への変態が促進されて、十分な応力誘起変態作用を期待できなくなってしまう。

したがって、強度、硬度等の機械的性質に優れた $Al_2O_3-ZrO_2$ 系セラミックスの製造は、従来、比較的低温でのホットプレス法か、HIP法（熱間静水圧加圧処理法）によらざるを得なかった。しかしながら、これらの方法は装置が大がかりになり、製造コストが高くなるのは避けられない。

（発明が解決しようとする課題）

この発明の目的は、上述した問題点を解決し、

（102）面の回折ピークが現われるか否かで確認する。

上記の $Al_2O_3-ZrO_2$ 系セラミックスは、 Al_2O_3 粉末に Nb_2O_5 粉末を $AlNbO_4$ として0.07～3.5重量%になるように添加、混合した後、その混合粉末を $1000\sim1300^{\circ}C$ で仮焼し、その仮焼粉末に Y_2O_3 を1.5～5.0モル%含む ZrO_2 粉末を10～30重量%添加、混合し、粉碎し、成形した後、その成形体を $1300\sim1600^{\circ}C$ で焼結することによって製造することができる。

この発明を詳細に説明するに、この発明においては、まず、主成分たる Al_2O_3 粉末に Nb_2O_5 の粉末を $AlNbO_4$ として0.07～3.5重量%になるように添加し、よく混合する。混合操作は、湿式でも乾式でもよく、ボールミル等を用いて行い、混合操作が終了した後は、必要に応じて乾燥し、粗粉碎する。

Nb_2O_5 は、焼結過程において緻密化を促進する作用をもつ。そうして、 Nb_2O_5 は主とし

強度や硬度等の機械的性質に優れた $Al_2O_3-ZrO_2$ 系セラミックスと、そのようなセラミックスを低コストで製造する方法を提供するにある。

（課題を解決するための手段）

上記の目的は、 Al_2O_3 を主成分とし、 ZrO_2 を10～30重量%含み、 $AlNbO_4$ を0.07～3.5重量%含み、かつ、 ZrO_2 には1.5～5.0モル%の Y_2O_3 が固溶していることを特徴とする $Al_2O_3-ZrO_2$ 系セラミックスによって達成される。

この発明において、 ZrO_2 、 $AlNbO_4$ および Y_2O_3 の量は、セラミックスを元素分析して得たZr、NbおよびYの量をそれぞれ上記の酸化物に換算して求める。したがって、セラミックス中における上記各酸化物の量は、それぞれ製造時に添加する ZrO_2 、 Y_2O_3 および Nb_2O_5 の量と数値的には同じである。ここで、セラミックス中における $AlNbO_4$ の存在は、セラミックスを粉末にし、粉末X線回折法を用いて分析したとき、 $2\theta=25.2^{\circ}$ に $AlNbO_4$ の

て Al_2O_3 と反応して $AlNbO_4$ を生成し、 Al_2O_3 中に分散する。一部の Nb_2O_5 は、正方晶の ZrO_2 に固溶する。このような作用を十分に行わせるために、 Nb_2O_5 の添加量は、上述したように $AlNbO_4$ として0.07～3.5重量%の範囲でなければならない。0.07重量%未満では緻密化作用をほとんど期待できなくなり、また、3.5重量%を超えると後の焼結工程で ZrO_2 と反応して $ZrNb_2O_7$ を生成し、得られるセラミックスの強度や硬度が大きく低下するようになる。

さて、この発明においては、次に、上記混合粉末を仮焼する。この仮焼によって、 Al_2O_3 と Nb_2O_5 とが反応して $AlNbO_4$ を生成し、この $AlNbO_4$ が緻密化を促進するとともに、後の焼結工程で ZrO_2 と Nb_2O_5 とが反応するのを抑制するようになる。

仮焼温度は、 $1000\sim1500^{\circ}C$ の範囲で選定しなければならない。 $1000^{\circ}C$ 未満では $AlNbO_4$ が生成せず、 Al_2O_3 と Nb_2O_5 と

が独立して存在するようになって後の焼結工程で多くの Nb_2O_5 が ZrO_2 中に固溶してしまい、緻密化が期待できなくなる。一方、 1500°C を超えると、仮焼粉末の一次粒径が大きくなって焼結工程での焼結性が低下し、得られるセラミックスの強度や硬度が大きく低下するようになる。

この発明は、次に、上記仮焼粉末に、 Y_2O_3 を $1.5 \sim 5.0$ モル%の範囲で含む ZrO_2 粉末を $10 \sim 30$ 重量%の範囲で添加し、混合し、粉碎する。この混合操作もまた、湿式でも乾式でもよい。

Y_2O_3 を含むジルコニア粉末は、共沈法等の周知の方法によって製造することができる。たとえば、 $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ と YCl_3 とを用い、それらの水溶液を混合し、その混合溶液にアンモニア水を添加して水酸化物を共沈させ、沈殿物を水洗し、乾燥した後、 $800 \sim 1000^\circ\text{C}$ 程度で仮焼することによって製造することができる。

Y_2O_3 は、 ZrO_2 の結晶構造を正方晶にするとともに、その正方晶を安定化させてセラミ

ックス中に準安定な状態で存在するようにし、セラミックスに応力が作用したときの正方晶から単斜晶への応力誘起変態によってセラミックスの強度や硬度を向上させるように作用する。そのためには、 Y_2O_3 の量は上述したように $1.5 \sim 5.0$ モル%の範囲でなければならない。 Y_2O_3 がこの範囲にあるとき、大部分の、あるいは、ほとんどすべての ZrO_2 を正方晶とすることができるようになる。

一方、 ZrO_2 の量は、 $10 \sim 30$ 重量%の範囲でなければならない。 10 重量%未満では、応力誘起変態による強度の向上効果が期待できない。また、 30 重量%を超えると、セラミックスの硬度が著しく低下してくる。また、 ZrO_2 の凝集が生ずるために、優れた性質をもつセラミックスが得られなくなる。

ところで、 Al_2O_3 、 Nb_2O_5 、 ZrO_2 および Y_2O_3 の各粉末の平均粒径や純度は、焼結工程での焼結性や、得られるセラミックスの密度や、強度、硬度等の機械的性質に影響を与える。

(実施例および比較例)

平均粒径が $0.25 \mu\text{m}$ で、純度が 99.99% である Al_2O_3 粉末と、平均粒径が $0.75 \mu\text{m}$ で、純度が 99.9% である Nb_2O_5 粉末とを、 Nb_2O_5 粉末が AlNbO_4 として表に示す量になるように、ボールミルを用いて 24 時間湿式混合した後、乾燥し、粗粉碎して、混合粉末を得た。

次に、上記混合粉末を 1000°C で 2 時間仮焼し、その仮焼粉末に、表に示す量の Y_2O_3 を含み、平均粒径が $0.61 \mu\text{m}$ である ZrO_2 を表に示す割合で添加し、ボールミルで 24 時間湿式混合した後、ポリビニルアルコールを加えて噴霧、造粒、乾燥した。 Y_2O_3 を含む ZrO_2 粉末は、 $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ の水溶液に YCl_3 の水溶液を Y_2O_3 換算で表に示す割合になるように加えて混合し、その混合溶液にアンモニア水を添加して水酸化物を共沈させ、沈殿物を水洗し、乾燥した後、 1000°C で仮焼することによって準備した。

焼結性をよくするために、上記各粉末は、平均粒径が $1 \mu\text{m}$ 以下のものを用いるのが好ましい。また、不純物による結晶粒の異常成長を防止し、密度や、強度、硬度等の機械的性質を向上させるために、純度が 99.9% 以上であるものを使用するのが好ましい。

さて、この発明は、次に、上記混合粉末を所望の形状に成形する。この成形には、周知の金型成形法やラバープレス法等を用いることができる。

次に、成形体を焼結してセラミックスとする。焼結は、大気中、酸化性雰囲気で行う。焼結温度は、 $1300 \sim 1600^\circ\text{C}$ でなければならない。 1300°C 未満では、密度が上がらず、強度や硬度が低くなる。一方、 1600°C を超えると、 Al_2O_3 や ZrO_2 の平均粒径が大きくなりすぎ、やはり強度や硬度が極端に低下してくる。

この発明のセラミックスは、強度や硬度がより高いという理由で、 ZrO_2 の平均粒径が $0.05 \sim 2.0 \mu\text{m}$ であるのが好ましい。さらに好ましい平均粒径は、 $0.1 \sim 1.5 \mu\text{m}$ である。

次に、上記混合粉末を、金型を用いて、長さ40mm、幅5mm、高さ4mmの直方体の形状に成形した。このとき、成形圧力は1.0kgf/cm²とした。

次に、上記成形体を、大気中にて、表に示す温度で2時間焼結し、合計21種類のセラミックスを得た。

次に、上記各セラミックスについて、密度と、ZrO₂の平均粒径と、曲げ強度と、ビッカース硬度とを求めた。密度は、式、

$$\rho = [m_1 / (m_1 - m_2)] \times d$$

ただし、 ρ : セラミックスの密度

m_1 : 乾燥状態におけるセラミックスの重量

m_2 : 水中におけるセラミックスの重量

d : 水の密度

から求めた。また、ZrO₂の平均粒径は、セラミックスを鏡面研磨した後エッチングし、そのエッチング面の顕微鏡写真について、いくつかの方

向に粒子の最大長さを求め、その最大長さの単純平均値として求めた。さらに、曲げ強度は、JIS R 1601に基き、セラミックスを加工して、10本の、幅4mm、長さ40mm、厚み3mmの試験片を作り、その試験片について、スパン30mm、クロスヘッドスピード0.5mm/分の条件で3点曲げ試験を行い、単純平均値として求めた。さらにまた、ビッカース硬度は、ビッカース硬度計を用い、圧子圧入荷重を10kgfとして5点ほど測定し、その単純平均値として求めた。測定結果を表に示す。

表

| No | 組 成 | | | 焼結温度 (°C) | 密 度 (g/cm ³) | ZrO ₂ の 平均粒径 (μ m) | 曲げ強度 (kg/mm ²) | ビッカース 硬さ |
|----|---|--|---------------------------------|--------------|-----------------------------|--|-------------------------------|-------------|
| | Y ₂ O ₃ -ZrO ₂ の量 (重量%) | ZrO ₂ 中に固溶 しているY ₂ O ₃ の量 (モル%) | AlNbO ₄ の 量 (重量%) | | | | | |
| 1 | 10 | 1.5 | 0.07 | 1450 | 4.09 | 0.21 | 73.2 | 1754 |
| 2 | 10 | 2.5 | 0.7 | 1450 | 4.10 | 0.21 | 75.6 | 1800 |
| 3 | 10 | 2.5 | 3.5 | 1450 | 4.11 | 0.22 | 77.5 | 1789 |
| 4 | 10 | 5.0 | 2.0 | 1450 | 4.12 | 0.22 | 73.8 | 1774 |
| 5 | 20 | 1.5 | 0.07 | 1500 | 4.29 | 0.28 | 79.5 | 1701 |
| 6 | 20 | 2.5 | 0.7 | 1450 | 4.32 | 0.27 | 90.5 | 1781 |
| 7 | 20 | 2.5 | 3.5 | 1500 | 4.37 | 0.30 | 96.6 | 1680 |
| 8 | 20 | 5.0 | 2.0 | 1450 | 4.30 | 0.28 | 90.1 | 1688 |
| 9 | 30 | 1.5 | 0.7 | 1450 | 4.52 | 0.30 | 88.9 | 1691 |
| 10 | 30 | 2.5 | 0.7 | 1500 | 4.58 | 0.31 | 94.5 | 1682 |
| 11 | 30 | 2.5 | 3.5 | 1500 | 4.59 | 0.30 | 97.1 | 1670 |
| 12 | 30 | 5.0 | 3.5 | 1500 | 4.58 | 0.32 | 91.5 | 1672 |
| 13 | 0 | 0 | 0 | 1500 | 3.81 | - | 35.3 | 1863 |
| 14 | 10 | 2.5 | 0 | 1500 | 3.92 | 0.30 | 28.5 | 1562 |
| 15 | 20 | 2.5 | 0 | 1500 | 4.14 | 0.30 | 58.2 | 1550 |
| 16 | 20 | 2.5 | 0.02 | 1500 | 4.15 | 0.31 | 60.5 | 1563 |
| 17 | 30 | 2.5 | 0.02 | 1500 | 4.31 | 0.33 | 61.2 | 1531 |
| 18 | 40 | 2.5 | 0.7 | 1500 | 4.48 | 0.35 | 60.8 | 1510 |
| 19 | 20 | 1.0 | 0.7 | 1500 | 4.29 | 0.29 | 65.3 | 1685 |
| 20 | 20 | 6.0 | 0.7 | 1500 | 4.30 | 0.31 | 59.8 | 1693 |
| 21 | 20 | 2.5 | 5.5 | 1450 | 4.10 | 0.22 | 49.8 | 1520 |

表から、この発明のもの(No 1～12)は、この発明が規定する要件を見たしていないもの(No 13～21)にくらべて、低温での焼結でも緻密なセラミックスが得られ、強度や硬度といった機械的性質が優れていることがわかる。

(発明の効果)

この発明は、 Al_2O_3 粉末に、 Nb_2O_5 粉末を $AlNbO_4$ として0.07～3.5重量%になるように添加、混合した後、その混合粉末を1000～1300℃で仮焼し、その仮焼粉末に Y_2O_3 を1.5～5.0モル%含む ZrO_2 粉末を10～30重量%添加、混合し、粉碎し、成形した後、その成形体を1300～1600℃で焼結することによって、 Al_2O_3 を主成分とし、 ZrO_2 を10～30重量%含む、 $AlNbO_4$ を0.07～3.5重量%含む、かつ、 ZrO_2 には1.5～5.0モル%の Y_2O_3 が固溶している Al_2O_3 - ZrO_2 系セラミックスを得るものであり、そのセラミックスは、実施例にも示したように、強度や硬度等の機械的性質が大変優

れている。しかも、比較的低温で焼結できるうえに、ホットプレス法やHIP法等の圧密法を使用しなくてもよいから製造コストを安くできる。

この発明のセラミックスは、強度や硬度等の機械的性質が優れていて、耐摩耗性が優れていることから、ポンプ、軸受、切削工具等の構成材料として大変好適である。

特許出願人 東レ株式会社

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(1)Publication number : 03-252352

(43)Date of publication of application : 11.11.1991

(51)Int. Cl.

C04B 35/10

(21)Application number : 02-052319

(71)Applicant : TOTO LTD

(22)Date of filing : 02.03.1990

(72)Inventor : ANDO SHIGERU
HAYAKAWA MAKOTO

(54) PRODUCTION OF ALUMINA-ZIRCONIA-SILICON CARBIDE COMPOUND SINTERED BODY

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the subject sintered body having improved thermal impact resistance by adding a filler to mixture powder comprising Al_2O_3 , partially stabilized ZrO_2 and SiC , kneading the mixture, molding the kneaded mixture and subsequently calcining the molded product at the ordinary pressure in an inert gas atmosphere.

CONSTITUTION: Mixture powder prepared by adding 15-50vol% of partially stabilized ZrO_2 fine powder, 0.5-30vol% of SiC powder and, if necessary, $\leq 20\text{vol}\%$ of a calcination auxiliary such as MgO or Y_2O_3 to $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ as a matrix material, mixed with a binder such as an acrylic resin, kneaded and subsequently molded into a molded product having a prescribed shape. The molded product is calcined at 1650-1800°C in an inert gas atmosphere such as Ar under the ordinary pressure to provide an $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-SiC}$ complex sintered product having improved thermal impact resistance.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平3-252352

⑮ Int.Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成3年(1991)11月11日

C 04 B 35/10

G 8924-4G

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全2頁)

⑭ 発明の名称 アルミナ-ジルコニア-炭化珪素複合焼結体の製造方法

⑯ 特 願 平2-52319

⑰ 出 願 平2(1990)3月2日

⑱ 発 明 者 安 藤 茂 神奈川県茅ヶ崎市本村2丁目8番1号 東陶機器株式会社
茅ヶ崎工場内

⑲ 発 明 者 早 川 信 神奈川県茅ヶ崎市本村2丁目8番1号 東陶機器株式会社
茅ヶ崎工場内

⑳ 出 願 人 東陶機器株式会社 福岡県北九州市小倉北区中島2丁目1番1号

㉑ 代 理 人 弁理士 下田 容一郎 外2名

明 細 書

1. 発明の名称

アルミナ-ジルコニア-炭化珪素複合焼結
体の製造方法

2. 特許請求の範囲

部分安定化ジルコニアを15～50 vol%、炭化珪素を0.5～30 vol%、残部を実質的にアルミナとした粉体をバインダーとともに混練して所定形状の成形体とし、次いでこの成形体を常圧且つ不活性雰囲気において1850～1800℃で焼成するようにしたことを特徴とするアルミナ-ジルコニア-炭化珪素複合焼結体の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明はアルミナを母材とした焼結体の製造方法に関する。

(従来の技術)

アルミナを母材とし、これに部分安定化ジルコニアと炭化珪素を添加することで、耐熱衝撃性を向上させる技術が特開昭62-265165号と

して提案されている。

この先行技術はアルミナ、ジルコニア及び炭化珪素を所定の割合で混合して焼成し、この焼成体を焼成体中に含まれる部分安定化ジルコニアの安定化率よりも低い安定化率のセラミック粉末に埋めて再度焼成するか、焼成体中に含まれる部分安定化ジルコニアの安定化率よりも低い安定化率のセラミックスラリーを焼成体に塗布して再度焼成するようにしている。

(発明が解決しようとする課題)

上述した先行技術による場合は、焼成を2回行なわなければならない工程が複雑になる。また1回目の焼成についてはホットプレス法を用いるのが一般的であり、この方法では成形できる形状が極めて限定されてしまう。更に先行技術によれば耐熱衝撃性の温度がある程度向上するが、十分とはいえない。

(課題を解決するための手段)

上記課題を解決すべく本発明は、アルミナ、部分安定化ジルコニア及び炭化珪素を所定の割合で

混合してなる成形体を、常圧且つ不活性雰囲気において1850～1800℃で焼成するようにした。

(作用)

1850～1800℃の範囲は、ジルコニアが異常粒成長する温度であり、この温度で焼成することで、機械的強度は変化しないが耐熱衝撃温度は大巾に向上する。

(実施例)

以下に本発明の実施例を具体的数値を挙げて説明する。

先ず、スプレードライ製法によって平均粒径が1.0μm以下の部分安定化ジルコニア(ZrO₂)、炭化珪素(SiC)及びアルミナ(α-Al₂O₃)を造粒する。

次いで、上記の粉体をバインダー(アクリル系樹脂)とともに混練して成形体とし、この成形体を常圧下(大気圧下)で且つ窒素若しくはアルゴンを導入した不活性ガスの雰囲気下で約1時間焼成する。

ここで、不活性雰囲気下で焼成するのは炭化珪素(SiC)の酸化を防止するためである。また、アルミナ(α-Al₂O₃)については、1.0～4.0μmの粗粉を30vol%以下の割合で加えてもよい。更に、焼成助剤としてMgO、Y₂O₃を2.0vol%以下の割合で加えてもよい。

以上において、部分安定化ジルコニア(ZrO₂)、炭化珪素(SiC)及びアルミナ(α-Al₂O₃)の割合(vol%)と焼成温度をそれぞれ変化させて曲げ強度(kg/cm²)と耐熱衝撃温度(℃)を測定した試験結果を以下の[表]に示す。

尚、曲げ強度試験はJIS R1601に規定される3点曲げ試験方法に従って厚さ3mm、巾4mm、長さ50mmのテストピースに対して行ない、耐熱衝撃温度試験はテストピースを電気炉中で30分間保持した後10℃の水中に浸漬し、前記3点曲げ試験方法によりテストピースを破壊するまでの最高荷重を測定し、強度劣化を起こさない限界温度差を耐熱衝撃温度とした。

(効果)

以上に説明したように本発明によれば、焼成温度がジルコニアの異常粒成長を促す範囲であるため、アルミナマトリックス中に粒径が2μm以上のジルコニアが分散した組織になり、耐熱衝撃温度が500℃以上まで向上する。また焼成が1回で済むため工程が簡略化される。更に常圧下で焼成するため焼成前の成形体の形状を任意のものとすることができる。

(表)

| 試験材料 | 組成 vol% | | | | 焼成温度 ℃ | 耐熱衝撃温度 ℃ | 曲げ強度 kg/cm ² |
|------|------------------|-----|--------------------------------|--------------------------------|-----------|-------------|----------------------------|
| | ZrO ₂ | SiC | 焼成助剤 | Al ₂ O ₃ | | | |
| 比較材 | 0 | 0 | 0 | 100 | 1750 | 200 | 3000 |
| 試料① | 30 | 25 | 0 | 残部 | 1750 | 565 | 4500 |
| 試料② | 30 | 10 | 0 | 残部 | 1750 | 400 | 3500 |
| 試料③ | 30 | 25 | 0 | 残部 | 1650 | 280 | 6000 |
| 試料④ | 30 | 25 | 0.3MgO | 残部 | 1750 | 480 | 4000 |
| 試料⑤ | 30 | 25 | 2Y ₂ O ₃ | 残部 | 1750 | 300 | 4500 |
| 試料⑥ | 30 | 2 | 0 | 残部 | 1750 | 380 | 3700 |
| 試料⑦ | 15 | 2 | 0 | 残部 | 1750 | 400 | 3500 |
| 試料⑧ | 5 | 2 | 0 | 残部 | 1750 | 240 | 3500 |
| 試料⑨ | 30 | 25 | 0 | 残部 | 1550 | 焼結状態 | 1500 |
| 試料⑩ | 30 | 0 | 0 | 残部 | 1750 | 180 | 4000 |
| 試料⑪ | 30 | 0 | 0 | 残部 | 1500 | 200 | 9000 |

比較 ⑥ ⑦ ⑧ ZrO₂添加の効果

⑤ ⑥ ⑦ ⑧ SiC添加の効果
⑨ ⑩ ⑪ ⑫ ⑬ ⑭ ⑮ ⑯ ⑰ ⑱ ⑲ ⑳ ㉑ ㉒ ㉓ ㉔ ㉕ ㉖ ㉗ ㉘ ㉙ ㉚ ㉛ ㉜ ㉝ ㉞ ㉟ ㊱ ㊲ ㊳ ㊴ ㊵ ㊶ ㊷ ㊸ ㊹ ㊺ ㊻ ㊼ ㊽ ㊾ ㊿

特許出願人 東陶機器株式会社
代理人 弁理士 下田 容一郎
同 弁理士 大橋 邦彦
同 弁理士 小山 有